

Tính chất

Bột trắng, vị ngọt.

Định tính

A. Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4).

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Propanol - ethyl acetat - nước (70 : 20 : 10).

Dung dịch thử: Hòa tan 50 mg chế phẩm trong nước và pha loãng thành 20,0 ml bằng cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu: Hòa tan 50 mg sorbitol chuẩn trong nước và pha loãng thành 20,0 ml bằng cùng dung môi.

Cách tiến hành:

Chấm riêng biệt lên bản mỏng 2 μ l mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được khoảng 17 cm. Lấy bản mỏng ra để khô ngoài không khí và phun dung dịch acid 4-amino-benzoic (TT). Để khô bản mỏng trong luồng khí lạnh đến khi acetone bay hết. Sấy bản mỏng ở 100 °C trong 15 min. Để nguội và phun dung dịch natri periodat 0,2 %, để khô bản mỏng trong luồng khí lạnh. Sấy bản mỏng ở 100 °C trong 15 min.

Trên sắc ký đồ thu được vết chính của dung dịch thử phải có vị trí, màu sắc và kích thước tương ứng với vết chính của dung dịch đối chiếu.

B. Hòa tan một lượng chế phẩm tương đương khoảng 7 g sorbitol trong 10 ml nước. Lấy 1 ml dung dịch này, thêm 2 ml dung dịch sắt (II) sulfat 8 % (TT) và 1 ml dung dịch natri hydroxyd 20 % (TT), dung dịch xuất hiện màu xanh lam chuyển dần sang xanh lục nhưng không được có tủa đục.

C. Lấy 3 ml dung dịch pyrocatechol 10 % mới pha, làm lạnh trong nước đá, thêm 6 ml acid sulfuric (TT). Thêm vào 3 ml hỗn hợp trên 0,3 ml dung dịch chế phẩm có nồng độ sorbitol khoảng 10 % trong nước không có carbon dioxyd (TT), đun nóng nhẹ 30 s, có màu hồng xuất hiện.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 2,0 % (Phụ lục 9.6).

(0,5 g, sấy chân không ở 80 °C, phosphor pentoxyd, 3 h).

Định lượng

Cân chính xác một lượng chế phẩm tương đương khoảng 0,4 g sorbitol vào bình định mức 100 ml, thêm nước đến định mức. Lắc đều. Lấy chính xác 10 ml dung dịch trên vào bình nón 250 ml, thêm 20 ml dung dịch natri periodat 2,14 % (TT) và 2 ml dung dịch acid sulfuric 1 M (TT), đun nóng trên cách thủy đúng 15 min. Để nguội, thêm 3 g natri hydrocarbonat (TT) bằng cách thêm từng lượng nhỏ, thêm chính xác 25,0 ml dung dịch natri arsenit 0,1 M (CĐ), lắc đều và thêm 5 ml dung dịch kali iodid 20 % (TT), để yên 15 min. Chuẩn độ bằng dung dịch iod 0,1 N (CĐ) đến màu vàng.

Tiến hành song song với mẫu trắng trong cùng điều kiện. 1 ml dung dịch iod 0,1 N (CĐ) tương đương với 1,822 mg $C_6H_{14}O_6$.

Bảo quản

Nơi khô mát, tránh ánh sáng.

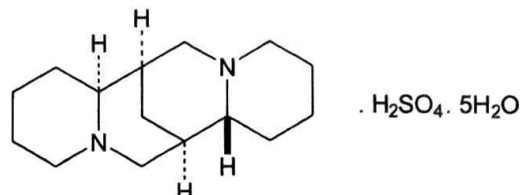
Loại thuốc

Thuốc nhuận tràng thẩm thấu.

Hàm lượng thường dùng

5 g.

SPARTEIN SULFAT



$C_{15}H_{26}N_2 \cdot H_2SO_4 \cdot 5H_2O$

P.t.l: 422,4

Sparteine sulfat là muối sulfat của dodecahydro methano-7,14 2H,6H-dipyrido[1,2-a:1',2'-e][diazocin-1,5]-(7S,7aR, 14S, 14aS), phải chứa từ 98,0 % đến 101,0 % $C_{15}H_{28}O_4N_2S$, tính theo chế phẩm đã làm khô.

Tính chất

Tinh thể không màu. Dễ tan trong nước và ethanol 96 %, thực tế không tan trong ether.

Định tính

Có thể chọn một trong hai nhóm định tính sau:

Nhóm I: C, D, E.

Nhóm II: A, B, E.

A. Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của chế phẩm phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại của sparteine sulfat chuẩn.

B. Chế phẩm phải đáp ứng phép thử Góc quay cực riêng.

C. Trong phần Tạp chất liên quan, vết chính thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải giống vết chính thu được trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1) về vị trí, màu sắc và kích thước.

D. Hòa tan 1 g chế phẩm trong 10 ml nước. Thêm 1 ml dung dịch thủy ngân (II) clorid 5 % (TT) vào 5 ml dung dịch trên, không tạo thành tủa. Thêm từng giọt, vừa thêm vừa lắc mạnh 0,5 ml acid hydrocloric (TT), tủa xuất hiện. Thêm 1 ml dung dịch natri hydroxyd 10 N (TT) vào phần dung dịch còn lại, tạo thành một lớp đục như sữa, đun nóng nhẹ trong cách thủy sẽ tụ lại thành từng giọt dầu nhỏ trên bề mặt.

E. Chế phẩm cho phản ứng của sulfat (Phụ lục 8.1).

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Dung dịch S: Hòa tan 1,0 g chế phẩm trong nước không có carbon dioxyd (TT) và pha loãng thành 50,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch S phải trong (Phụ lục 9.2) và không màu (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

DUỐC ĐIỀN VIỆT NAM VI

THUỐC TIÊM SPARTEIN SULFAT

pH

pH của dung dịch S phải từ 3,0 đến 4,0 (Phụ lục 6.2).

Góc quay cực riêng

Từ -26° đến -30°, tính theo chế phẩm đã làm khô (Phụ lục 6.4).
Dùng dung dịch S để đo.

Tạp chất liên quan

Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4).

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Diethylamin - ethyl acetat - cyclohexan (5 : 25 : 70).

Dung dịch thử: Hòa tan 0,1 g chế phẩm trong *methanol* (TT) và pha loãng thành 5 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (1): Hòa tan 0,1 g spartein sulfat chuẩn trong *methanol* (TT) và pha loãng thành 5 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (2): Pha loãng 1 ml dung dịch đối chiếu (1) thành 100 ml bằng *methanol* (TT).

Dung dịch đối chiếu (3): Pha loãng 5 ml dung dịch đối chiếu (2) thành 10 ml bằng *methanol* (TT).

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 5 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được khoảng 15 cm. Sấy bản mỏng ở 100 °C đến 105 °C trong vòng 5 min, sau đó để bản mỏng nguội. Phun lên bản mỏng *dung dịch kali iodobismuthat* (TT) tới khi xuất hiện các vết. Trên sắc ký đồ thu được của dung dịch thử không được có bất cứ vết phụ nào ngoài vết chính có màu đậm hơn vết chính của sắc ký đồ thu được của dung dịch đối chiếu (2) và chỉ cho phép một vết có thể đậm hơn vết chính trên sắc ký đồ thu được của dung dịch đối chiếu (3).

Mất khối lượng do làm khô

Từ 19,5 % đến 22,0 % (Phụ lục 9.6).
(1,0 g; 100 °C đến 105 °C).

Tro sulfat

Không được quá 0,1 % (Phụ lục 9.9, phương pháp 1).
Dùng cân thu được trong phép thử Mất khối lượng do làm khô.

Định lượng

Hòa tan 0,300 g chế phẩm trong 30 ml *acid acetic khan* (TT). Thêm 1 ml *anhydrid acetic* (TT). Chuẩn độ bằng *dung dịch acid perchloric 0,1 N* (CĐ). Xác định điểm tương đương bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2).

1 ml *dung dịch acid perchloric 0,1 N* (CĐ) tương đương với 33,24 mg $C_{15}H_{28}O_4N_2S$.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín.

Loại thuốc

Trợ tim.

Chế phẩm

Thuốc tiêm.

THUỐC TIÊM SPARTEIN SULFAT

Là dung dịch vô khuẩn của spartein sulfat trong nước để pha thuốc tiêm.

Chế phẩm phải đáp ứng các yêu cầu trong chuyên luận “Thuốc tiêm, thuốc tiêm truyền, thuốc cấy” (Phụ lục 1.19) và các yêu cầu sau đây:

Hàm lượng của spartein sulfat, $C_{15}H_{26}N_2 \cdot H_2SO_4 \cdot 5H_2O$, từ 95,0 % đến 105,0 % so với lượng ghi trên nhãn.

Tính chất

Dung dịch trong, không màu.

Định tính

A. Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4).

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Diethylamin - ethyl acetat - cyclohexan (5 : 25 : 70).

Dung dịch thử: Làm bay hơi một thể tích chế phẩm tương đương khoảng 0,1 g spartein sulfat, hòa tan cẩn trọng *methanol* (TT) vừa đủ 5 ml.

Dung dịch đối chiếu: Hòa tan 0,1 g spartein sulfat chuẩn trong *methanol* (TT) vừa đủ 5 ml.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 5 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai bản mỏng đến khi dung môi đi được khoảng 15 cm. Sấy bản mỏng ở 100 °C đến 105 °C trong 5 min. Để nguội và phun *dung dịch kali iodobismuthat* (TT) tới khi xuất hiện các vết. Trên sắc ký đồ thu được, vết chính của dung dịch thử phải tương đương với vết chính của dung dịch đối chiếu về vị trí, màu sắc và kích thước.

B. Làm bay hơi một thể tích chế phẩm tương đương khoảng 1 g spartein sulfat, hòa tan cẩn trọng 10 ml *nước*. Thêm 1 ml *dung dịch thủy ngân (II) clorid* (TT) vào 5 ml dung dịch trên, không tạo thành tủa. Thêm từng giọt vừa thêm vừa lắc mạnh 0,5 ml *acid hydrochloric* (TT), tủa xuất hiện. Thêm 1 ml *dung dịch natri hydroxyd 10 M* (TT) vào phần dung dịch còn lại, tạo thành một lớp đục như sữa, đun nóng nhẹ trong cách thủy sẽ tụ lại thành từng giọt dầu nhỏ trên bề mặt.

C. Chế phẩm cho phản ứng của sulfat (Phụ lục 8.1).

pH

3,0 đến 4,0 (Phụ lục 6.2).

Định lượng

Lấy chính xác một lượng chế phẩm tương đương khoảng 0,5 g spartein sulfat cho vào một bình gạn, thêm 8 ml *amoniac* (TT). Chiết 4 lần bằng *ether* (TT), mỗi lần 20 ml. Lọc dịch chiết ether qua một phễu có miếng bông nhỏ, trên có khoảng 2 g *natri sulfat khan* (TT). Rửa phễu bằng 10 ml *ether* (TT). Tập trung dịch chiết và dịch rửa, làm bốc hơi ether trên cách thủy đến khi còn khoảng 10 ml thì làm khô bằng một luồng không khí. Hòa cẩn với 20 ml *ethanol* 90 %. Chuẩn độ bằng *dung dịch acid hydrochloric 0,1 N*